



⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND  
  
DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑯ ⑫ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 100 52 203 A 1

⑯ Int. Cl.<sup>7</sup>:  
A 61 K 6/02

⑯ Aktenzeichen: 100 52 203.3  
⑯ Anmeldetag: 20. 10. 2000  
⑯ Offenlegungstag: 26. 4. 2001

DE 100 52 203 A 1

⑯ Unionspriorität: 11-297966 20. 10. 1999 JP	⑯ Erfinder: Todo, Atsuhiro, Tokio/Tokyo, JP; Okada, Kaori, Tokio/Tokyo, JP; Sekiguchi, Toshihiro, Tokio/Tokyo, JP; Hirota, Kazuo, Tokio/Tokyo, JP
⑯ Anmelder: GC Corp., Tokio/Tokyo, JP	
⑯ Vertreter: Müller-Boré & Partner, Patentanwälte, European Patent Attorneys, 81671 München	

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- ⑯ Dentale Glasionomerzementmasse  
⑯ Eine dentale Glasionomerzementmasse wird offenbart, die einen färbenden Stoff enthält, dessen Farbe derart spezifiziert ist, dass der L\*-Wert, ausgedrückt im colorimetrischen L\*a\*b\*-System bei einem Standard-Beleuchtungskörper D<sub>65</sub>, 60 oder weniger ist, und deren Gehalt des färbenden Stoffes vorzugsweise 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte Masse, beträgt, und wenn die erfindungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse in einem Abbindungsverfahren eines derzeit üblichen dentalen Glasionomerzements durch Bestrahlung mit Licht über einen breiten Bereich dentaler Anwendungen eingesetzt wird, weist sie die Wirkung auf, den Zeitraum der Sensibilisierung gegen Wasser und den Zeitraum zum Abbinden zusätzlich zu verkürzen.

DE 100 52 203 A 1

# DE 100 52 203 A 1

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine dentale Glasionomerzementmasse zur Verwendung zur dentalen Restauration oder Prävention.

5 Dentale Zemente werden im allgemeinen in einer Vielzahl von Arten in der Zahnheilkunde eingesetzt. Repräsentative Beispiele schließen einen Zinkphosphatzement, bei dem Zinkoxid mit Phosphorsäure umgesetzt wird, einen Carb-oxylatzement, bei dem Zinkoxid mit Polycarbonsäure umgesetzt wird, einen Harzzement, bei dem die Polymerisation eines Acrylmonomers verwendet wird, einen Calciumhydroxidzement, bei dem Calciumhydroxid mit einer ölichen Komponente umgesetzt wird, einen Zinkoxid-Eugenol-Zement, bei dem Zinkoxid mit Eugenol reagiert, und einen Glasionomerzement unter Verwendung eines Fluoroaluminosilikat-Glaspulvers und einer Polycarbonsäure ein.

10 Diese dentalen Zemente werden in breitem Umfang in der Zahnheilkunde eingesetzt. Es gibt Anwendungen auf einem breiten Gebiet, beispielsweise ein Kittzement zum Zementieren einer dentalen Prothese, wie Krone, Inlay und Brücke, an einen Zahn oder zum Zementieren einer orthodontischen Vorrichtung für einen Zahn, ein Füllzement zum Füllen einer dentalen Kavität, ein versiegelnder Zement zum Versiegeln von Grübchen und Fissuren der Vorderzähne, ein Auskleidungszement zum Auskleiden einer Kavität und ein Zement für einen Zahnaufbau.

15 Von diesen dentalen Zementen weist der dentale Glasionomerzement eine ausgezeichnete Affinität für lebende Körper auf und weist Hafteigenschaften für die Zahnstruktur auf, und das abgebundene Produkt davon ist durchscheinend und von ausgezeichneter Ästhetik. Außerdem weist der dentale Glasionomerzement einen Vorteil auf, indem er nach dem Abbinden im Laufe der Zeit allmählich Fluoridionen abgibt, wodurch erwartet werden kann, dass er eine gegen Karies 20 vorbeugende Funktion aufweist. Daher wird der dentale Glasionomerzement derzeit allgemein im breitesten Sinne für dentale Anwendungen eingesetzt.

25 Dieser dentale Glasionomerzement umfasst als Hauptkomponenten ein Fluoroaluminosilikat-Glaspulver, eine Polycarbonsäure und Wasser. Insbesondere ist der dentale Glasionomerzement ein dentaler Zement, bei dem eine wässrige Lösung von Polyacrylsäure auf das Fluoroaluminosilikat-Glaspulver unter Freisetzung von Metallionen (Alkalimetallionen, Erdalkalimetallionen und Aluminiumionen) in dem Glas wirkt, und die freigesetzten Metallionen unterliegen Ionbindung an einer Carbonsäuregruppe der Polyacrylsäure unter Bildung einer vernetzenden Struktur, wodurch der Zement zum Abbinden Gelform annimmt (eine derartige Reaktion wird manchmal nachstehend als "Ionomerreaktion" bezeichnet).

30 Außerdem wurde neuerdings ein harzverstärkter dentaler Glasionomerzement entwickelt, bei dem ein dentaler Glasionomerzement mit einem polymerisierbaren Monomer vermischt wird und eine Polymerisationsreaktion des Monomers in Kombination mit der Ionomerreaktion genutzt wird. Dieser Zement weist, verglichen mit den üblichen Glasionomerzementen, bei denen das Abbinden nur über die Ionomerreaktion bewirkt wird, verbesserte mechanische Festigkeit, wie Biegefesteitk, und Hafteigenschaften für die Zahnstruktur auf.

35 Da der dentale Glasionomerzement die Ionomerreaktion verwendet, ist ein gewisser Zeitraum zum Bewirken des anfänglichen Abbindens erforderlich. Somit ist es nicht möglich, den nächsten klinischen Vorgang fortzusetzen, bis das anfängliche Abbinden beendet ist. Außerdem wird hervorgehoben, dass der dentale Glasionomerzement einen Nachteil aufweist, der als Sensibilisierung für Wasser bezeichnet wird: das heißt, bevor das anfängliche Abbinden beendet ist, eluieren, wenn die Oberfläche des dentalen Glasionomerzementgemisches mit Wasser in Kontakt kommt, Metallionen während der Abbindungsreaktion aus oder der Anteil an Wasser steigt, wodurch die Zementoberfläche trübe oder spröde wird 40 und schließlich zu einer vermindernden Oberflächeneigenschaft des abgebundenen Produkts führt. Dies ist auf eine Säure-Base-Reaktion zwischen dem Fluoroaluminosilikatglas (Base) und der Polycarbonsäure (Säurerest) in Gegenwart von Wasser, hervorgerufen durch die Ionomerreaktion des dentalen Glasionomerzements, zurückzuführen, wobei eine derartige Reaktion durch Wasser von außen empfindlich beeinflusst wird.

45 Um diesen Mangel zu überwinden, wurde bislang die nachstehende Maßnahme unternommen. Das heißt, der dentale Glasionomerzement wird vor dem Abbinden sorgfältig Zementierungs-, Füll- und Applikationshandlungen so unterzogen, dass er nicht mit Wasser, wie Speichel, von der Oberfläche des Gemisches in Kontakt kommt und wird mit einem als Lack bezeichneten Beschichtungsmaterial, wie Materialien auf Harzbasis, versehen und nach dem Trocknen wird während des anfänglichen Abbindens für 20 bis 25 Minuten ein Beschichtungsfilm auf der Oberfläche des dentalen Glasionomerzements gebildet.

50 Außerdem entwickelten die Erfinder ein Verfahren zum Abbinden eines dentalen Glasionomerzements durch Bestrahlung mit einem Licht zur Beschleunigung des anfänglichen Abbindens, wobei der Zement Fluoroaluminosilikatglas und Polycarbonsäure und Wasser umfasst, ohne in besonderer Weise einen Vorgang mit einem Lack oder dergleichen vorzunehmen, und reichten eine Patentanmeldung, nämlich die Japanische Patentanmeldung Nr. 226354/1999, ein. Gemäß diesem Verfahren ist es möglich, den Einfluß der Sensibilisierung für Wasser in einem gewissen Ausmaß zu unterdrücken. Es ist aber tatsächlich schwierig, den Einfluß durch die Sensibilisierung für Wasser vollständig zu unterdrücken und daher wurde die Entwicklung einer effektiveren dentalen Glasionomerzementmasse gefordert.

55 Aufgabe der Erfindung ist die Bereitstellung einer dentalen Glasionomerzementmasse, die – wenn appliziert gemäß den früher von den Erfindern vorgeschlagenen Abbindungsverfahren für einen dentalen Glasionomerzement durch Bestrahlung mit Licht – das anfängliche Abbinden beschleunigt, wobei der Zement Fluoroaluminosilikat-Glaspulver, eine Polycarbonsäure und Wasser umfasst.

Somit unternahmen die Erfinder weitere Untersuchungen hinsichtlich einer dentalen Glasionomerzementmasse, bei der durch Bestrahlung mit Licht eine Abbindungsreaktion durch die Ionomerreaktion gefördert wird. Im Ergebnis wurde gefunden, dass, wenn ein färbender Stoff in einer dentalen Glasionomerzementmasse enthalten ist, und eine Farbe derart spezifiziert ist, dass ein L\*-Wert, ausgedrückt durch das colorimetrische L\*a\*b\*-System bei einem Standard-Beleuchtungskörper D<sub>65</sub>, 60 oder weniger ist, die Abbindungsreaktion weiter effektiv gefördert wurde, was zur dentalen Glasionomerzementmasse der vorliegenden Erfindung führte.

60 Insbesondere ist die erfundsgemäße dentale Glasionomerzementmasse eine dentale Glasionomerzementmasse, die einen färbenden Stoff umfasst, dessen Farbe derart spezifiziert ist, dass der L\*-Wert, ausgedrückt im colorimetrischen

# DE 100 52 203 A 1

L\*a\*b\*-System bei einem Standard-Beleuchtungskörper D<sub>65</sub>, 60 oder weniger ist.

Insbesondere wurde auch gefunden, dass die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse vorzugsweise einen Gehalt des färbenden Stoffes von 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte Masse, aufweist.

Die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse ist eine dentale Glasionomerzementmasse, deren Farbe so spezifiziert ist, dass bei einem Standardbeleuchtungskörper D<sub>65</sub> ein L\*-Wert 60 oder weniger ist, ausgedrückt durch das colorimetrische L\*a\*b\*-System, durch Zugabe eines färbenden Stoffes zu dem üblicherweise verwendeten dentalen Glasionomerzement, der hauptsächlich aus einer Fluoroaluminosilikat-Glaskomponente, einer Polycarbonsäure und Wasser besteht, und einen Mechanismus aufweist, bei dem die Fluoroaluminosilikat-Glaskomponente und die Polycarbonsäure eine Abbindungsreaktion in Gegenwart von Wasser (das heißt die Ionomerreaktion) vollzieht, wodurch der Zement abbindet. Die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse wird hauptsächlich verwendet, wenn mit einem Licht mit einer Wellenlänge von 320 bis 780 nm, wie es in der derzeitigen Zahnheilkunde eingesetzt wird, bestrahlt wird.

Um eine dentale Glasionomerzementmasse Zahngerecht zu färben, wurde bislang eine Spurenmenge (etwa 0,001 bis 0,01 Gewichtsprozent, bezogen auf die Gesamtmenge der dentalen Glasionomerzementmasse) eines färbenden Stoffs wie TiO<sub>2</sub> und rotes Oxid, eingesetzt. Bei einem solchen üblichen dentalen Glasionomerzement wurde allerdings der vorstehend beschriebene färbende Stoff zur Verwirklichung der Zahnfarbe eingesetzt. Aus diesem Grunde war der L\*-Wert, ausgedrückt in einem colorimetrischen L\*a\*b\*-System bei einem Standard-Beleuchtungskörper D<sub>65</sub>, hoch (L\* = von etwa 64 bis 85) und das Reflexionsvermögen des Lichts war hoch. Folglich kann, wenn ein solcher dentaler Glasionomerzement in unserem vorher vorgeschlagenen Verfahren zum Abbinden des dentalen Glasionomerzements verwendet wird, der färbende Stoff nicht die Wirkung zur Verbesserung des anfänglichen Abbindens des dentalen Glasionomerzements zeigen.

Die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse weist eine Eigenschaft auf, in dem die Temperatur bei der Lichtbestrahlung steigt und der Zeitraum der anfänglichen Abbindung beschleunigt wird, wodurch der Einfluß durch die Sensibilisierung für Wasser gering wird. Wenn daher die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse, soweit möglich, mit Licht bestrahlt wird, kann sie als allgemeinen dentalen Glasionomerzement für Anwendungen, die üblicherweise verwendet wurden, eingesetzt werden. Insbesondere weist die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse eine Eigenschaft auf, indem sie bei Verwendung für einen Abdichtzement zur Fluoridprävention oder für einen Kittzement zum Zementieren einer dentalen Prothese, die nach einem bestimmten Zeitraum entfernt werden muß, leicht von einem Zahn aufgrund ihres Farbunterschieds unterschieden werden kann, so dass die Entfernungarbeiten leicht bewirkt werden können. Da außerdem die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse aufgrund ihres Farbunterschieds leicht ermittelt werden kann, ist sie auch als Zement für einen Kernaufbau und als Auskleidungszement ausgezeichnet.

Als Fluoroaluminosilikat-Glaskomponente, die in der erfundungsgemäßen dentalen Glasionomerzementmasse eingesetzt wird, können Fluoroaluminosilikat-Glaspulver und dergleichen, die im allgemeinen für dentale Glasionomerzemente verwendet werden können, eingesetzt werden. Von diesen sind solche Fluoroaluminosilikat-Glaspulver bevorzugt, die als Hauptzusammensetzung 10 bis 25 Gewichtsprozent Al<sup>3+</sup>, 5 bis 30 Gewichtsprozent Si<sup>4+</sup>, 1 bis 30 Gewichtsprozent F<sup>-</sup>, 0 bis 20 Gewichtsprozent Sr<sup>2+</sup>, 0 bis 20 Gewichtsprozent Ca<sup>2+</sup> und 0 bis 10 Gewichtsprozent Alkalimetallionen (beispielsweise Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> usw.), bezogen auf das Gesamtgewicht des Glases, aufweisen und die durch Vermischen der Ausgangsstoffe, die diese Komponenten enthalten, und Schmelzen des Gemisches und anschließend Kühlen und Pulverisieren, so dass man eine mittlere Teilchengröße von etwa 0,02 bis 20 µm erhält, hergestellt werden.

Die in der erfundungsgemäßen dentalen Glasionomerzementmasse verwendete Polycarbonsäure ist eine Polycarbonsäure, die für allgemeine dentale Glasionomerzemente verwendet wird, und betrifft Polymere einer α,β-ungesättigten Monocarbonsäure oder einer α,β-ungesättigten Dicarbonsäure. Insbesondere schließt sie Copolymeren oder Homopolymeren mit einem gewichtsmittleren Molekulargewicht von 5000 bis 40000 von Acrylsäure, Methacrylsäure, 2-Chloracrylsäure, 3-Chlor-acrylsäure, Aconitsäure, Mesaconsäure, Maleinsäure, Itaconsäure, Fumarsäure, Glutaconsäure, Citraconsäure usw. ein. Diese Komponente wird gewöhnlich mit Wasser vermischt und wird als wässrige Lösung zugeführt und zur Verwendung mit der Pulverkomponente vermischt. Sie kann auch zur Verwendung in der Pulverkomponente angemischt sein.

Außerdem stehen beispielsweise ein Material vom Paste-Paste-Typ, bei dem ein Fluoroaluminosilikat-Glaspulver mit Wasser und einem Stoff mit einer verdickenden Wirkung zur Bildung einer Paste versetzt wird, die dann mit einer Polycarbonsäurelösung vermischt wird, und ein dentaler Glasionomerzement, der unter Verwendung einer Mikrokapseltechnik zu einem Ein-Paste-Zustand verarbeitet wird, zur Verfügung.

Die Farbe einer Oberfläche der Anmischung bzw. einer Gemischoberfläche der erfundungsgemäßen dentalen Glasionomerzementmasse soll eine Farbe sein, die als ein geringes Lichtreflexionsvermögen aufweisend angesehen wird. Wenn diese Farbe durch das colorimetrische L\*a\*b\*-System ausgedrückt wird, ist der L\*-Wert bei einem Standard-Beleuchtungskörper D<sub>65</sub> 60 oder weniger.

Das colorimetrische L\*a\*b\*-System wurde 1976 durch die Commission Internationale de l'Eclairage (CIE) standardisiert, das in Japan als JIS (Japanese Industrial Standards) Z 8729 "Specification of Color of Materials according to CIE1976 (L\*a\*b\*) space and CIE1976 (L\*u\*v\*) space" verwendet wird. In diesem Zusammenhang ist erfundungsgemäß als Lichtquelle ein CIE-Standard-Beleuchtungskörper D<sub>65</sub> (definiert in JIS Z 8716, "Fluorescent lamp as a simulator of CIE Standard illuminant D<sub>65</sub> for a visual comparision of surface color-Type and characteristics") verfügbar.

Bei dem colorimetrischen L\*a\*b\*-System wird die Helligkeit als L\* definiert und durch einen numerischen Wert von 0 bis 100 ausgedrückt, wobei L\* = 0 bedeutet, dass die Farbe vollständig schwarz ist, und L\* = 100 bedeutet, dass die Farbe vollständig weiß ist. Je höher der L\*-Wert oder je geringer der L\*-Wert, desto geringer ist der Einfluß der Tönung oder der Chromatizität. Wenn der L\*-Wert 60 übersteigt, wird das Reflexionsvermögen des Lichts bei allen Farbtönen in der Regel hoch und die Wirkung zur Zeitverkürzung der Sensibilisierung für Wasser oder der Zeitraum der anfänglichen Abbindung kann in der vorliegenden Erfindung nicht erzielt werden.

In dem colorimetrischen L\*a\*b\*-System beziehen sich a\* und b\* auf die Tönung bzw. die Chromatizität, jeweils ausgedrückt durch einen numerischen Wert von -60 bis 60. Jeder a\*- und b\*-Wert zeigt eine Farbrichtung: a\* zeigt eine Rot-

# DE 100 52 203 A 1

richtung und  $-a^*$  zeigt eine Grünrichtung, wohingegen  $b^*$  eine Gelbrichtung und  $-b^*$  eine Blaurichtung zeigt. Je höher der numerische Wert von jeweils  $a^*$  und  $b^*$  ist, desto leuchtender wird die Farbe, wohingegen je geringer der numerische Wert von jeweils  $a^*$  und  $b^*$  wird, desto matter wird die Farbe.

- Da kein Einfluß der Färbung und Chromatizität über die Zeit der Sensibilisierung für Wasser oder die Zeit auf das anfängliche Abbinden des dentalen Glas-ionomerzements ermittelt wurde, sind die  $a^*$ - und  $b^*$ -Werte im colorimetrischen L\*a\*b\*-System in der vorliegenden Erfindung nicht sonderlich eingeschränkt.

Als färbender Stoff, der in der erfundungsgemäßen dentalen Glasionomerzementmasse verwendet wird, kann ein beliebiges Material, das den L\*-Wert auf 60 oder weniger bringt, verwendet werden, ungeachtet der Tatsache, ob es ein Pigment oder ein Farbstoff ist oder ob er natürlicher oder synthetischer Beschaffenheit ist. Beispiele schließen synthetische färbende Stoffe wie Food Red No. 2, Food Red No. 3, Food Red No. 40, Food Red No. 102, Food Red No. 104, Food Red No. 105, Food Red. No. 106, Food Yellow No. 4, Food Yellow No. 5, Food Green No. 3, Food Blue No. 1 und Food Blue No. 2; färbende Stoffe auf Karotenoidbasis, wie  $\beta$ -Karotin und Vitamin A; Nitrofarbstoffe, wiedergegeben durch Naphthol-Gelb, Azopigmente, wiedergegeben durch Oil Yellow und Kongorot; Triphenylfarbstoffe, wiedergegeben durch Auranin und Fuchsin; indigoide Farbstoffe, wiedergegeben durch Indigo; Anthrachinonfarbstoffe, wiedergegeben durch Alizarin; Phthalocyaninfarbstoffe, wiedergegeben durch Phthalocyanin; anorganische Pigmente, wiedergegeben durch Chromoxid, Bariumgelb, Brillantgrün [Smaragdgrün], Oxidrot; Azopigmente, wiedergegeben durch Toluidin-Rot, Dinitroanilin-Orange, Chromophthal-Gelb, Chromophthal-Rot, Chromophthal-Blau usw.; Phthalocyanin-Pigmente, wiedergegeben durch Kupferphthalocyanin; Lackpigmente, wiedergegeben durch Chinolin-Gelblack, Food Red No. 2 Aluminum Lake, Food Red No. 3 Aluminum Lake, Food Red No. 40 Aluminum Lake, Food Yellow No. 4 Aluminum Lake, Food Yellow No. 5 Aluminum Lake, Food Green No. 3 Aluminum Lake, Food Blue No. 1 Aluminum Lake und Food Blue No. 2 Aluminum Lake; Kondensationspigmente, wiedergegeben durch Anthropyrimidin-Gelb, Thioindigo-Rot, Perinon-Rot, Perylen-Rot und Chinacridon-Rot; und Fluoreszenzpigmente und/oder Farbstoffe, wiedergegeben durch Lumogen-Gelb usw., sowie Methylen-Blau, Rhodamin, Kupferchlorophyll, Kupferchlorophyllinnatrium und dergleichen ein.

- Von diesen sind vom Standpunkt der Sicherheit und Wirksamkeit Färbemittel auf Karotenoidbasis, wie  $\beta$ -Karotin und Vitamin A, und fluoreszierende Pigmente und/oder Farbstoffe, wiedergegeben durch Lumogen Yellow usw., bevorzugt. Außerdem ändert sich die Menge des einzumischenden färbenden Stoffes in Abhängigkeit von der Tendenz der Farbbildung und anderer Eigenschaften von jedem färbenden Stoff. Um den L\*-Wert hinsichtlich der Farbe der Gemischoberfläche vor dem Abbinden auf 60 oder weniger zu bringen, ist der färbende Stoff vorzugsweise in einer Menge im Bereich von 0,1 bis 5 Gewichtsprozent der Masse enthalten.

Der färbende Stoff kann vorher in beliebigen der betreffenden Komponenten des Fluoraluminosilikatglasses, der Polycarbonäure und Wasser oder den Komponenten, die die dentale Glasionomerzementmasse ausmachen, in einem Pulver, einer Flüssigkeit oder einer Paste, enthalten sein.

- Außerdem können zu der erfundungsgemäßen dentalen Glasionomerzementmasse bekannte Ultravioletlicht-Absorptionsmittel, Weichmacher, Antioxidantien, Bakterizide, Tenside usw., falls erwünscht, zugegeben werden.

Die erfundungsgemäß dentale Glasionomerzementmasse wird genauer mit Bezug auf die nachstehenden Beispiele beschrieben. Es sollte jedoch nicht so aufgefaßt werden, dass die vorliegende Erfindung darauf beschränkt ist.

- Alle vier der in den nachstehenden Beispielen und Vergleichsbeispielen verwendeten dentalen Glasionomerzemente sind ein dentaler Glasionomerzement, der nur durch Umsetzung zwischen einem Fluoroaluminosilikat-Glaspulver und einer Polycarbonäure in Gegenwart von Wasser abbindet und der kein polymerisierbares Monomer enthält.

## Beispiel 1

Zu einhundert Gramm eines Pulvers eines handelsüblichen dentalen Glasionomerzements (Produktnname: Fuji Ionomer Typ III, hergestellt von GC Corporation) wurden 7 g färbender Stoff (Produktnname  $\beta$ -Karotin, hergestellt von Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) und somit rot gefärbt. Dieses Pulver wurde mit einer Lösung (einer wässrigen Polycarbonäurelösung) desselben Produkts (Produktname: Fuji Ionomer Typ III, hergestellt von GC Corporation) in einem Verhältnis von 1,2 : 1 (auf Gewichtsbasis) vermischt und 30 Sekunden angemischt. Das Gemisch wurde in einen Ring aus Acrylharz mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Höhe von 5 mm gefüllt und ein durchsichtiges Celluloidblatt 50 wurde aufgelegt und mit dem Ring in Preßkontakt gebracht. Eine Minute nach Beginn des Mischens wurde Lichtbestrahlung 20 Sekunden von der Oberseite des Celluloidblatts unter Verwendung einer Strahlungsquelle für sichtbares Licht (Produktname: GC Labolight LV-II, hergestellt von GC Corporation, Wellenlänge: 400 bis 520 nm) ausgeführt. Unmittelbar nach der Lichtbestrahlung wurde das Celluloidblatt entfernt und die Probe wurde bei 37°C zusammen mit dem Ring aus Acrylharz in Wasser getaucht. Weitere Proben wurden in derselben Weise mit Licht bestrahlt und für einen Zeitraum von 2 Minuten (im Fall 40 Sekunden nach der Lichtbestrahlung), 3 Minuten, 4 Minuten und anschließend jede Minute nach dem Start des Vermischens bis 30 Minuten bei Raumtemperatur belassen. Dann wurden die Proben jeweils in Wasser bei 37°C getaucht. Vierundzwanzig Stunden später wurde jede Probe aus dem Wasser herausgenommen, getrocknet und visuell hinsichtlich der Anwesenheit von Trübung auf der Probenoberfläche durch Sensibilisierung für Wasser beobachtet. Die Zeit, wenn die Trübung der Probe nach dem Start des Vermischens nicht beobachtet wurde, wurde als 60 Zeit für die Sensibilisierung für Wasser bezeichnet. Außerdem wurde die Zeit für die Sensibilisierung für Wasser in derselben Weise gemessen, mit der Abweichung, dass die Lichtbestrahlung auf 40 Sekunden bzw. 60 Sekunden geändert wurde. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

- Hinsichtlich der dentalen Glasionomerzemente, die in dem vorstehend angeführten Verfahren angemischt wurden, wurde die Bestrahlung mit Licht 20 Sekunden, 40 Sekunden bzw. 60 Sekunden ausgeführt. Die Zeit zum Abbinden vom Beginn des Vermischens, einschließlich der Zeit der Bestrahlung mit dem Licht, wurde gemäß dem "5.4 Setting Time Test" von JIS T 6607 (dentaler Glaspolyalkenolatzement) gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind auch in Tabelle 1 dargestellt.

Außerdem wurde das Reflexionsvermögen von Licht an der Oberfläche des Gemisches in nachstehender Weise ge-

# DE 100 52 203 A 1

messen. Licht wurde von einer Position von 1 m Weite aus einer colorimetrischen Lichtquelle (Handelsname: Sun Reamer, hergestellt von Daiwa Lighting Co., Ltd.) abgestrahlt. Unter Verwendung eines Spektrophotometers vom Photodiodenarraytyp (Handelsname: Spectrascan PR650, hergestellt von Photo Research Co., Ltd.) wurde ein mittlerer Teil mit einem Durchmesser von 3 mm des Gemisches an einer Lichtschleuse in einem Winkel von etwa 45° zur Oberfläche des Gemisches gemessen, wodurch ein L\*-Wert der Oberfläche des Gemisches gemessen wurde. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt und dargestellt.

5

## Beispiel 2

Einhundert Gramm eines Pulvers von handelsüblichem dentalen Glasionomerzement (Produktnname: Fuji IXGP, hergestellt von GC Corporation) wurden mit 3 g färbendem Stoff (Produktnname: Food Blue Nr. 1, hergestellt von Daiwa Kasei Co., Ltd.) versetzt und blau gefärbt. Das Pulver wurde mit der Lösung in einem Verhältnis von 3,6 : 1 (auf Gewichtsbasis) vermischt und die Probenoberfläche wurde hinsichtlich des Zeitpunkts der Sensibilisierung für Wasser, des Zeitpunkts des Abbindens und der Helligkeit in gleicher Weise wie in Beispiel 1 gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

10

15

## Beispiel 3

Einhundert Gramm einer Lösung (eine wässrige Polycarbonsäurelösung) von handelsüblichem dentalen Glasionomerzement (Produktnname: Fuji Ionomer Typ II, hergestellt von GC Corporation) wurden mit 1,6 g färbendem Stoff (Produktnname: Chromophthal Yellow, erhältlich von Ciba-Geigy Japan Limited) versetzt und gelb gefärbt. Das Pulver wurde mit der Lösung in einem Verhältnis von 2,7 : 1 (auf Gewichtsbasis) vermischt und die Probenoberfläche wurde hinsichtlich des Zeitpunkts der Sensibilisierung für Wasser, des Zeitpunkts des Abbindens und der Helligkeit in gleicher Weise wie in Beispiel 1 gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

20

25

## Beispiel 4

Zweihundert Gramm eines Pulvers von handelsüblichem dentalen Glasionomerzement (Produktnname: Fuji Lute, hergestellt von GC Corporation) wurden mit 2,2 g färbendem Stoff (Produktnname: Kuchinashi (72), hergestellt von Taisho Co., Ltd.) und 1,6 g färbendem Stoff (Produktnname: Bengara, hergestellt von Nippon Bengara Kogyo Co., Ltd.) versetzt und orange gefärbt. Das Pulver wurde mit der Lösung in einem Verhältnis von 2 : 1 (auf Gewichtsbasis) vermischt und die Probenoberfläche wurde hinsichtlich des Zeitpunkts der Sensibilisierung für Wasser, des Zeitpunkts des Abbindens und der Helligkeit in gleicher Weise wie in Beispiel 1 gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

30

35

## Vergleichsbeispiel 1

Die Tests wurden in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 unter Verwendung eines handelsüblichen dentalen Glasionomerzements (Produktnname: Fuji Ionomer Typ III, hergestellt von GC Corporation) ausgeführt, mit der Ausnahme, dass kein färbender Stoff enthalten ist, wobei die Zeit zur Sensibilisierung für Wasser, die Zeit zum Abbinden und die Helligkeit gemessen wurden. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

40

## Vergleichsbeispiel 2

Die Tests wurden in der gleichen Weise wie in Beispiel 2 unter Verwendung eines handelsüblichen dentalen Glasionomerzements (Produktnname: Fuji IXGP, hergestellt von GC Corporation) ausgeführt, mit der Ausnahme, dass kein färbender Stoff enthalten ist, wobei die Zeit zur Sensibilisierung für Wasser, die Zeit zum Abbinden und die Helligkeit gemessen wurden. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

45

50

## Vergleichsbeispiel 3

Die Tests wurden in der gleichen Weise wie in Beispiel 3 unter Verwendung eines handelsüblichen dentalen Glasionomerzements (Produktnname: Fuji Ionomer Typ II, hergestellt von GC Corporation) ausgeführt, mit der Ausnahme, dass kein färbender Stoff enthalten ist, wobei die Zeit zur Sensibilisierung für Wasser, die Zeit zum Abbinden und die Helligkeit gemessen wurden. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

55

## Vergleichsbeispiel 4

Die Tests wurden in der gleichen Weise wie in Beispiel 4 unter Verwendung eines handelsüblichen dentalen Glasionomerzements (Produktnname: Fuji Lute, hergestellt von GC Corporation) ausgeführt, mit der Ausnahme, dass kein färbender Stoff enthalten ist, wobei die Zeit zur Sensibilisierung für Wasser, die Zeit zum Abbinden und die Helligkeit gemessen wurden. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

60

65

DE 100 52 203 A 1

TABELLE 1

	Menge an färbendem Stoff (Gewichts %)	Zeit der Sensibilisierung für Wasser		Abbindezeit		Helligkeit (L*)	
		Bestrahlung mit Licht für 20 Sekunden	Bestrahlung mit Licht für 30 Sekunden	Bestrahlung mit Licht für 20 Sekunden	Bestrahlung mit Licht für 30 Sekunden		
5							
10							
15	Beispiel 1	3,6	3 Minuten	Unmittelbar nach der Bestrahlung trat keine Sensibilisierung für Wasser auf	1 Minute und 45 Sekunden	Nach der Bestrahlung fand Abbinden bereits statt	44,5
20							
25	Beispiel 2	2,3	3 Minuten	Unmittelbar nach der Bestrahlung trat keine Sensibilisierung für Wasser auf	2 Minuten und 15 Sekunden	Nach der Bestrahlung fand Abbinden bereits statt	55,4
30							
35	Beispiel 3	0,4	5 Minuten	Unmittelbar nach der Bestrahlung trat keine Sensibilisierung für Wasser auf	2 Minuten und 30 Sekunden	Nach der Bestrahlung fand Abbinden bereits statt	50,3
40							
45	Beispiel 4	1,2	4 Minuten	Unmittelbar nach der Bestrahlung trat keine Sensibilisierung für Wasser auf	2 Minuten und 00 Sekunden	Nach der Bestrahlung fand Abbinden bereits statt	46,2
50	Vergleichsbeispiel 1	-	7 Minuten	6 Minuten	3 Minuten und 00 Sekunden	2 Minuten und 30 Sekunden	71,8
55	Vergleichsbeispiel 2	-	6 Minuten	3 Minuten	3 Minuten und 45 Sekunden	2 Minuten und 15 Sekunden	75,9
60	Vergleichsbeispiel 3	-	9 Minuten	7 Minuten	4 Minuten und 00 Sekunden	3 Minuten und 00 Sekunden	69,6
65	Vergleichsbeispiel 4	-	10 Minuten	8 Minuten	4 Minuten und 30 Sekunden	4 Minuten und 00 Sekunden	78,2

Gemäß vorstehenden Ausführungen kann aus den Beispielen und Vergleichsbeispielen bestätigt werden, dass die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse, ein Gemisch von einem Fluoroaluminosilikat-Glaspulver, einer Polycarbonsäure und Wasser, in einem Abbindungsverfahren eines dentalen Glas-ionomerzements, das durch Bestrahlung mit einem Licht zur Beschleunigung des anfänglichen Abbindens erfolgt, die Wirkung zur weiteren Zeitverkürzung der Sensibilisierung für Wasser und der Abbindezeit aufweist.

Da außerdem die erfundungsgemäße dentale Glasionomerzementmasse die Zeit zur Sensibilisierung für Wasser und die Zeit zum Abbinden durch die Bestrahlungszeit mit Licht verkürzen kann, kann ein Bedienender die Behandlungszeit beliebig einstellen. Folglich ist die vorliegende Erfindung ein wertvoller Beitrag für die Zahnheilkunde.

Während die vorliegende Erfindung genauer mit Bezug auf die besonderen Beispiele davon beschrieben wurde, ist es für den Fachmann einleuchtend, dass verschiedene Änderungen und Modifizierungen darin ausgeführt werden können, ohne vom Erfindungsgedanken und Umfang davon abzuweichen.

# DE 100 52 203 A 1

## Patentansprüche

1. Dentale Glasionomerzementmasse, umfassend einen färbenden Stoff, dessen Farbe derart spezifiziert ist, dass der L\*-Wert, ausgedrückt im colorimetrischen L\*a\*b\*-System bei einem Standard-Beleuchtungskörper D<sub>65</sub>, 60 oder weniger ist.
2. Dentale Glasionomerzementmasse nach Anspruch 1, wobei der Gehalt des färbenden Stoffes 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte Masse, ist.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

**- Leerseite -**